

球圧子の押込硬さ試験方式を利用した
高分子材料のヤング率測定法*石橋達弥^{*1}, 下田茂^{*1}, 古川徹^{*1}
新田勇^{*1}, 吉田秀敏^{*2}The Measuring Method about Young's Modulus of Plastics Using
the Indenting Hardness Test by a Spherical IndenterTatsuya ISHIBASHI, Shigeru SHIMODA, Tooru FURUKAWA
Isami NITTA, and Hidetoshi YOSHIDA

This study aims at investigating the performance of a hardness testing machine. First, the phenomenon of a contact between a rigid spherical indenter and a plastic material is considered. By using Hertz's elastic contact law, the Young's modulus of plastics E_s can be calculated from Eq. (1) using the cordal diameter of an indentation d , the elastic recovery of an indentation δ_r and the indenting load L : $E_s = 0.9(3/2) L / (d \delta_r) \dots (1)$ From the geometrical relation at the contact part, the contacting diameter d_c and the surface level diameter d_t are derived as follows. (δ_t : the total depth): $d_c = 2 [D(\delta_t - \delta_r/2)(1 - (\delta_t - \delta_r/2)/D)]^{1/2} \dots (2)$, $d_t = 2[D\delta_t \times (1 - \delta_t/D)]^{1/2} \dots (3)$ Furthermore, the mean strain rate under the elastic recovery by a spherical indenter is related to the strain rate under the uniaxial stress field. Finally, the indenting experiments are carried out, δ_r and δ_t are measured so that a cordal diameter d is formulated as follows: $d = d_t(1.71 - 0.707(d_t/d_c)) \dots (4)$ When the Young's moduli calculated from δ_t and δ_r using Eqs. (1)-(4) are compared to the Young's moduli measured from a compression test, their Young's values consist within an accuracy of about $\pm 5-10\%$. Therefore, the measuring method about Young's modulus of plastics using the indenting hardness test by a spherical indenter can be applied to the present hardness testing machines.

Key Words: Material Testing, Measuring Method, Young's Modulus of Plastics, Spherical Indenter Mean Strain Rate, Performance of Hardness Machine

1. 緒 言

硬さ試験は、測定に際しての簡便性・迅速性という利点と、平行な2面さえあれば寸法の大小や他の形状にはこだわらない、という試験片作製上・採取上の利点を併せ持つ測定法である。

そのため幅広く利用されており⁽¹⁾、高分子材料を対象とした場合でもこれまでの研究においては、各種形状の圧子押し込んだときの硬さ値や、その測定に関するものなどが多く報告されており⁽¹⁾⁻⁽⁷⁾、なかには硬さ値とヤング率を対応させたもの⁽⁸⁾なども見受けられる。

これらの研究や金属材料などに関する研究を基礎として、現在は自動形や全自動形硬さ試験機(デジタル式全自動形ロックウェル硬度計、動的押込み材料試験機、電子式ショアー硬度計、ほか)も普及しているが、試験機の性能向上とともにその多機能化が図れば、いっそうの利用拡大につながるものと思われる。

本研究はこのような硬さ試験機の機能拡大を図る一環として、球圧子の押込硬さ試験方式の利用による高

分子材料のヤング率測定法を検討したものであり、解析、実験、結果の考察を通してこのような方法が現行の硬さ試験機に応用でき、その機能を拡大できる可能性について報告する。

2. 球圧子の押込み量および弾性回復量と
高分子材料のヤング率との関係

2.1 剛体圧子球とくぼみの接触関係 圧子球と試料との実際の接触関係を、モデル的に示したのが図1(a)である。

図においては、直径 D の圧子球(半径 R 、ヤング率 E_i 、ポアソン比 μ_i)と試料平面(ヤング率 E_s 、ポアソン比 μ_s)との最初の接触点を C_1 としてある。

この状態から圧子荷重を次第に増加させてゆくと、ある時点で試料には塑性変形を生ずるが、それ以降での荷重 L における接触点を C_2 とし、このときの接触直径を d 、共通接触面直径を $D_c (=2R_c)$ と与える。そしてこの荷重より除荷を開始するものとして、荷重が零になったときの接触点を C_3 と考えれば、その位置が試料面を基準としたときのくぼみ深さ δ_s の位置を表す。

いま、圧子球としては超硬合金球($E_i=608$ GPa, $\mu_i=0.21$)を、対象とする材料としては $0.5\sim 6$ GPa 程度

* 昭和62年7月14日 東海支部三重地方講演会において講演、原稿受付 昭和61年11月28日。

^{*1} 正員、新潟大学工学部(〒950-21 新潟市五十嵐2の町8050)。

^{*2} 学生員、新潟大学工学部。

のヤング率を持つ高分子材料を考えることにすれば、 $E_s/E_c \ll 1$ より圧子球を剛体として取扱ってよいことになる。($D_c = D$)

そこで図 1 (a) の C_2 点より C_3 点に至る除荷の過程に着目すると、これは直径 D の圧子球と凹球面直径 $D_p(2R_p)$ のくぼみ (弦直径 d) との弾性接触の離反過程とみなすことができるから、 Z_{br} を除荷時の圧子球中心の移動量、 δ_r をくぼみ面の弾性回復量と与えれば、Hertz の弾性接触論より次に示すような、材料のヤング率を含む形の接触関係式を得る。

$$z_{br} \approx \delta_r = (3/2)(1 - \mu_s^2)L / (dE_s) \dots\dots\dots (1)$$

$$d^3 = 3(1 - \mu_s^2)L / \{E_s(1/D - 1/D_p)\} \dots\dots\dots (2)$$

2・2 圧子荷重 L 、くぼみ直径 d 、くぼみの弾性回復量 δ_r (圧子球中心の移動量 z_{br}) のヤング率 E_s との関係 高分子材料のポアソン比は、一般に 0.3~0.33 程度の範囲にあるから⁽¹¹⁾⁽¹²⁾、 $(1 - \mu_s^2) = 0.9$ と与えることにすれば、式(1)より高分子材料のヤング率 E_s を L 、 d 、 $\delta_r (= z_{br})$ から算出できる次のような関係式を得る⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。

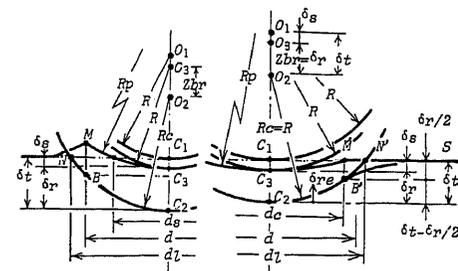
$$E_s = 0.9(3/2)L / (d\delta_r) \dots\dots\dots (3)$$

すなわち、この式が球圧子の押込硬さ試験方式を利用した、高分子材料のヤング率測定法の基本関係式となる。

しかしながら、式中のくぼみ直径 d は、実際問題としてそれを測定しようとする場合、透明な試料もあるとか、反射が悪いとか、くぼみの縁を明りようにとらえることができないとか、などの多くの問題点を含んでいることが従来より指摘されてきた⁽⁴⁾⁽¹³⁾。

このような点から、式(3)に基づいてヤング率を求める場合でも、実際に利用するためにはくぼみ直径 d の直接測定を避けて、それを深さ方向の量で表現する方法が必要となる。

2・3 球圧子の押込み量 δ_i 、くぼみの弾性回復量 δ_r とヤング率 E_s との関係 くぼみ直径 d を深さ方向



(a) 実際の接触のモデル図 (b) 高分子材料の場合
図 1 圧子球の押込みと除荷における接触関係

の量 δ_i 、 δ_r で表す点を検討するため、図 1 (a) を図 1 (b) のようなさらに単純化したモデル図に置き換えて考える。この接触のモデルにおいては、荷重下のくぼみ近傍の平面 $M'-S$ の移動形態は、球と平面とが弾性接触をなすときの移動形態と同じ関係が成り立つと仮定すると、Hertz の弾性接触論より $\overline{B'M'} = \overline{C_3C_2}/2 = \delta_r/2$ の関係を得る。

一方、押込み時の圧子球中心の移動量 $\overline{O_1O_2}$ は剛体球の前提により、 $\delta_i = \overline{C_1C_2}$ に等しくなる。

したがって図に示すような幾何学的関係から、圧子球直径 D と深さ方向の量 δ_i 、 δ_r で表される二つのくぼみ直径 (1) 接触直径 d_c 、(2) 試料面直径 d_i を次のような式で得ることができる。

$$d_c = 2[D(\delta_i - \delta_r/2)\{1 - (\delta_i - \delta_r/2)/D\}]^{1/2} \dots (4)$$

$$d_i = 2[D\delta_i(1 - \delta_i/D)]^{1/2} \dots\dots\dots (5)$$

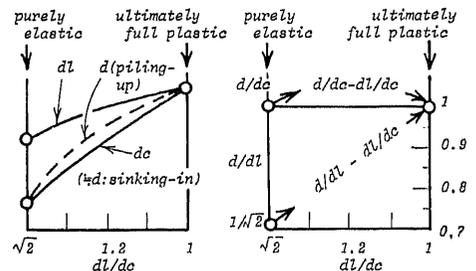
さて、これら二つの直径 d_c と d_i との関係は、圧子球と試料とが弾性接触をする場合〔式(4)、(5)で $\delta_i = \delta_r = \delta_e$ とおいて、微小項を省略し、 d_i と d_c の比をとると式(6・a)〕と、試料が完全塑性変形状態となり、かつくぼみ直径と圧子球直径とが同じくらいになるような最終的な押込みの場合〔式(4)で $\delta_r \rightarrow 0$ とすると式(5)に一致するから、 $d_c \approx d_i$ となり式(6・b)〕とを考えれば、図 2 (a) に示すような関係になる。

$$d_i/d_c = \sqrt{2} \dots\dots\dots (6\cdot a)$$

$$d_i/d_c \approx 1 \dots\dots\dots (6\cdot b)$$

一方、実際のくぼみ直径 d は、図 2 に示すように弾性接触をなすときは d_c に一致し〔 $(d = d_c)/d_i = 1/\sqrt{2} = 0.707$ 〕、また最終的な押込みの場合は $d_i \approx d_c \approx d$ の関係になると考える。

そうすると、横軸として (d_i/d_c) を、縦軸として (d/d_c) と (d/d_i) とをとった場合には、図 2 (b) のような関係を予想できるから、結局 δ_i 、 δ_r により表される d_c と d_i を用いて、高分子試料面上に形成されたくぼみの直径 d を定め得ることがわかる。



(a) d, d_c, d_i と d_i/d_c の関係 (b) $d/d_c, d/d_i$ と d_i/d_c の関係
図 2 d_c, d_i と d との一般的相互関係

3. 球圧子の押込みおよび除荷様式と、平均ひずみ速度

球圧子の押込みと除荷に際しては、高分子材料に特有な粘弾性的性質により、金属材料への押込みとは異なるような荷重-変位の関係が観測される。またヤング率のひずみ速度依存性は⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾アクリルやポリエチレンなどで、かなり顕著に見られることから、球圧子の押込みと除荷におけるひずみ速度と、単軸応力状態下のひずみ速度との対応などについても解析する必要がある。

3.1 球圧子の押込みおよび除荷様式 Rockwell, Brinell, Vickersなどの硬さ試験機を用いた場合、押込みと除荷の過程における荷重、変位-時間の関係を測定すると、図3(a)のようになり(Rockwellの場合は初期荷重を零と考えたとき)、また荷重-変位の関係は図3(b)のように示される。

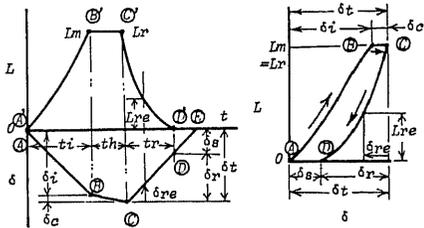
まず④、④'点から侵入を開始した球圧子は、⑤、⑤'点で設定荷重 L_m に達したのち、所定の時間 t_h だけ保持される。このとき圧子球下の試料は、それぞれが有する粘弾性的性質の程度に応じて、大なり小なりのクリープ変位 δ_c を一定荷重下のもとで生ずることになる。

(一定荷重が保持されるということで、この押込みと除荷の様式を定荷重様式と呼ぶことにする)。

⑥、⑥'点より荷重が零となる⑦、⑦'点までが除荷の過程であり、⑧、⑧'点での接触が終了した時点でのくぼみ深さ(図1)は δ_s となる。

3.2 球圧子によるひずみ速度と平均ひずみ速度

各種高分子材料、ガラス、金属などの弾~塑性遷移過程における硬さ/変形抵抗比の関係は、1本の関係式で整理できることを Marsh⁽¹⁹⁾は示している。そこで以下の解析に際しては、著者らが金属に関して報告した関係式が高分子材料の場合にも成り立つと考えて用いる。図1(b)の C_2 点に圧子球の先端部があるときの、弾性くぼみの平均ひずみ ϵ_{ir} は先の報告⁽¹⁶⁾から次式の



(a) 荷重、変位と時間の関係 (b) 荷重と変位の関係
図3 定荷重様式による押込みと除荷

ように導出される。

$$\epsilon_{ir} = 0.43(0.9)3L/(E_s d^2) \dots \dots \dots (7)$$

これと同じ関係は C_2 点より上方の任意の位置 δ_{re} ($0 \leq \delta_{re} \leq \delta_r$: 除荷過程である点に注意) においても成り立つから、そのときの荷重を L_{re} 、接触直径を d_e とすると、式(3)は $(\delta_r - \delta_{re}) = (3/2)(0.9)L_{re}/(E_s \cdot d_e)$ 、式(2)は $d_e^3 = 3(0.9)L_{re}/\{E_s(1/D - 1/D_p)\}$ となって、結局 δ_{re} における弾性くぼみの平均ひずみ $\epsilon_{ir(re)}$ は、 L_{re}, E_s, d_e を消去した次のような式で表される。

$$\epsilon_{ir(re)} = 0.43\{2(1/D - 1/D_p)\}^{1/2}(\delta_r - \delta_{re})^{1/2} \dots (8)$$

この δ_{re} は圧子球中心の移動量、つまり圧子の移動量を意味する(高分子材料の場合は、金属材料に比べ圧子球保持軸部の弾性変形量や、圧子球受部のすきまの影響⁽⁴⁾などは、深さ方向の量に比較して微小と考えて省略する。)から、圧子速度を V_i として一定と仮定し時間を t と考えれば [式(9-a, b)], ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{ir(re)} = |d\epsilon_{ir(re)}/dt|$ は式(10)となる。

$$\delta_{re} = V_i \cdot t \dots \dots \dots (9-a)$$

$$\delta_r = V_i \cdot t_r \dots \dots \dots (9-b)$$

$$\dot{\epsilon}_{ir(re)} = 0.3(1/D - 1/D_p)^{1/2}(d\delta_{re}/dt)/(\delta_r - \delta_{re})^{1/2} \dots \dots \dots (10)$$

すなわち、球圧子によるひずみ速度は圧子の位置 δ_{re} に応じて変化するわけであるが、実際の試験においては δ_r が微量(~数百 μm 程度)であることを考慮すると、除荷開始より接触終了までのひずみ速度の平均値: 平均ひずみ速度を考えるほうが実用的立場からして合理的である。

いま、球圧子による平均ひずみ速度を $\dot{\epsilon}_{ir(m)}$ とすれば、それは ϵ_{ir} と t_r により次式のように定義される。

$$\dot{\epsilon}_{ir(m)} = (1/t_r) \int_0^{t_r} \dot{\epsilon}_{ir(re)} dt = \epsilon_{ir}/t_r \dots \dots \dots (11)$$

3.3 球圧子による平均ひずみ速度と単軸応力状態

下のひずみ速度との対応 先の報告においては⁽¹⁶⁾、圧子球下でのくぼみ周辺部の平均ひずみ: 全くくぼみの平均ひずみ ϵ_{ic} ($= \epsilon_{ir} + \epsilon_{ip}$, ϵ_{ip} : 塑性くぼみの平均ひずみ) と単軸応力状態下の全ひずみ ϵ [$= \epsilon_r + \epsilon_p$, $\epsilon_r = Y/E_s$: 弾性(回復)ひずみ, ϵ_p : 塑性ひずみ] との対応づけを行って、硬さ $P_m [= 4L/(\pi d^2)]$ と変形抵抗 Y との関係を検討した。

$$\epsilon_{ic} = 0.21[1 + \{3DL \times 0.9/(d^3 E_s)\}](d/D) = \epsilon \dots \dots \dots (12)$$

このとき ϵ_{ir} , ϵ_{ip} と ϵ_r , ϵ_p とのおおのの対応づけは、試料の弾性変形状態 [$\epsilon_r = Y/E_s = \epsilon_{ir}$] と完全塑性変形状態 [$\epsilon_p \approx \epsilon_{ip} \gg \epsilon_r$, ϵ_{ir}] について行っている。したがってこれらの中間領域である弾~塑性遷移過程における各ひずみの対応関係を定性的に示すと図4

(a)のようになる。

そこで ϵ_{ir} と ϵ_r との関係について考えると, $P_{mev} = 1.1 \cdot 0.102 Y_{ve}$ の仮定, および $\Delta \textcircled{A} \textcircled{B} \textcircled{C} \textcircled{D} \textcircled{E} \textcircled{F} \textcircled{G} \textcircled{H} \textcircled{I} \textcircled{J} \textcircled{K} \textcircled{L} \textcircled{M} \textcircled{N} \textcircled{O} \textcircled{P} \textcircled{Q} \textcircled{R} \textcircled{S} \textcircled{T} \textcircled{U} \textcircled{V} \textcircled{W} \textcircled{X} \textcircled{Y} \textcircled{Z}$, $\Delta \textcircled{B} \textcircled{C} \textcircled{D} \textcircled{E} \textcircled{F} \textcircled{G} \textcircled{H} \textcircled{I} \textcircled{J} \textcircled{K} \textcircled{L} \textcircled{M} \textcircled{N} \textcircled{O} \textcircled{P} \textcircled{Q} \textcircled{R} \textcircled{S} \textcircled{T} \textcircled{U} \textcircled{V} \textcircled{W} \textcircled{X} \textcircled{Y} \textcircled{Z}$ より (Y in MPa)

$$\epsilon_r = 1.1(0.102 Y/P_m) \epsilon_{ir} \dots\dots\dots (13)$$

また弾～塑性遷移過程 [$1 < (\epsilon_{ic} \equiv \epsilon) / \epsilon_r < 15, 1.1 < C < 2.9$] における C : 硬さ/変形抵抗比の式は

$$C = 9.8 P_m / Y = 1.1 + (2/3) \ln(\epsilon_{ic} / \epsilon_r) \dots\dots\dots (14)$$

よって式(13)と(14)から得られる次式(15)の解として ϵ_r は定まる。

$$1.1 \left(\frac{\epsilon_{ir}}{\epsilon_r} \right) = 1.1 + \left(\frac{2}{3} \right) \ln \left(\frac{\epsilon_{ic}}{\epsilon_r} \right) \\ = 1.1 + \left(\frac{2}{3} \right) \ln \left\{ \left(\frac{\epsilon_{ir}}{\epsilon_r} \right) \left(\frac{\epsilon_{ic}}{\epsilon_{ir}} \right) \right\} \dots\dots\dots (15)$$

一方, 試料が完全塑性変形状態 [$15 < (\epsilon_{ic} / \epsilon_r)$] 以降のときは, $C=2.9$ の関係より式(13)から $(\epsilon_r / \epsilon_{ir}) = 0.38$ を得るし, また $(\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic}) = (\epsilon_r / \epsilon_{ic})(\epsilon_{ir} / \epsilon_r)$ において, $(\epsilon_r / \epsilon_{ic}) < (1/15)$, $(\epsilon_{ir} / \epsilon_r) < (2.9/1.1)$ より $(\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic}) < (2.9/1.1)(1/15) = 0.176$ の関係を得る。すなわち式(15)を $(\epsilon_r / \epsilon_{ir}) \sim (\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic})$ について解いて示すと図4(b)のようになる。

[弾性変形状態: $(\epsilon_r / \epsilon_{ir}) = 1 = (\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic})$]

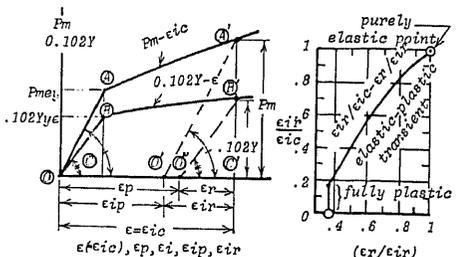
この $(\epsilon_r / \epsilon_{ir}) \sim (\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic})$ の関係は適当な関数で近似できるが, たとえば式(16)のようなもので近似(全域にわたって $\pm 6\%$ 程度)した場合, ϵ_r は式(17)のように表される。

$$(\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic}) = 1 + (1/1.17) \ln(\epsilon_r / \epsilon_{ir}) \dots\dots\dots (16)$$

$$\epsilon_r \approx \epsilon_{ir} \cdot e \cdot \exp [1.17 \{ (\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic}) - 1 \}] \dots\dots\dots (17)$$

したがって, 球圧子を用いてヤング率を測定する場合の, 単軸応力状態下のひずみ速度に対応する平均ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_r$ は次式のように示すことができる。

$$\dot{\epsilon}_r = \epsilon_r / t_r \approx (\epsilon_{ir} / t_r) \cdot e \cdot \exp [1.17 \{ (\epsilon_{ir} / \epsilon_{ic}) - 1 \}] \dots\dots\dots (18)$$



(a) $\epsilon_{ir}, \epsilon_{ip}$ と ϵ_r, ϵ_p との対応 (b) $(\epsilon_{ir}/\epsilon_{ic})$ と $(\epsilon_r/\epsilon_{ir})$ の関係

図4 各ひずみの対応関係

4. 実験方法

4.1 圧子 鋼製の圧子球保持具(表1中の図)の先端部に, $\phi 5$ のキリ(頂角約 120°)で深さ 3 mm 程度の穴をあけ, そこに超硬合金球 ($D=5 \text{ mm}$) を約 2500 N ($\approx 250 \text{ kgf}$) の力で押し込んで, 接着剤により固定したものを圧子とした。諸元を表1に示す。

4.2 試料および試験片 実験にはヤング率の段階的に異なるもの, 透明度の違う (PMMA, PC: 透明, PE: 不透明) もの, およびヤング率のひずみ速度依存性の異なる⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾ (PC: 依存性なし, PMMA, PE: 依存性あり) ものとして表2に示すような試料を用いた。

試験片の作製は, まず $300 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$ 厚さ 15 mm の平板より幅 10 mm 長さ 300 mm の材料片①を製作し, その厚さ方向における上下面を 2.5 mm ずつ削り落とすことにより, 10 mm 角の断面形状としたのちそれぞれ, $13.5, 20, 30 \text{ mm}$ 長さの圧縮試験片⁽¹⁷⁾ を作製した。

また, 球圧子の押込み用としては, プラスチックのロックウェル硬さ試験法および解説 (JIS K 7202-1982) を参考に, 材料片①を 30 mm の長さに切断しそれらを 3 本ずつ接着 (上下面) することで, 幅 45 mm , 長さ 30 mm , 厚さ 10 mm (図5中の試験片形状参照) の試験片を作製した。

4.3 圧縮試験機によるヤング率の測定法 容量 19600 N (2000 kgf) の定ひずみ形圧縮試験機を用い, プラスチックの圧縮試験方法 (JIS K 7208-1975) および解説を基本とし, ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ が $7.5, 15, 30, 60, 90, 270, 360$ ($\%/ \text{min}$) となるように試験片の原長 l_0

表1 球圧子諸元

Indenter	Ball Material	D mm	Ei GPa	
W5	Tungsten carbide	5	608	

1 GPa=102 Kgf/mm²

表2 試料諸元

Plastic material (ISO code)	Es GPa	Specific gravity	Transparence
Polymethyl methacrylate (PMMA)	3.04	1.19	transparent
Polycarbonate (PC)	1.96	1.21	transparent
Polyethylene (PE)	0.784	0.933	opaque

1 GPa=102Kg/mm²

mm に対してスロスヘッド速度 V_c mm/min (一定) を選び〔式(19)〕, その各場合についてヤング率の測定を行った。なお, JIS では原則として $V_c=0.3l_0$ としているから, この関係を式(19)に示すひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の点から考えると, $\dot{\epsilon}=0.3(1/\text{min})=30$ (%/min) のひずみ速度におけるヤング率を基本としていることになる。

$$\dot{\epsilon} = V_c/l_0 \dots\dots\dots (19)$$

このとき試験片端面の変位量と荷重とを同時に測定する方法と, プラスチック専用ひずみゲージを用いる方法とで測定を行った。

4.4 球圧子の押込試験装置および測定法 試験装置としてはアームストロング形ビッカース硬さ試験機を用いた。装置の概略は図5に示す。

硬さ試験機の試料台上に高感度ロードセル (容量 980 N=100 kgf) を載せ, その上に試験片をセットする。また, このロードセルの上端部には微動用と校正用を兼ねたマイクロメータが取付けられ, その先端部にはギャップセンサ (2 mm の間隔で約 10 V の出力) が固定されている。

一方, 圧子軸部にはアルミ板が取付けられており, ギャップセンサとアルミ板との間隔より圧子の変位が測定される。また, 荷重載荷用のレバーの下に設けられたカムと逆回転により押込みと除荷ができる構造となっており, カムの回転速度を変えることにより圧子速度を変化させた。

なお, ロードセルとギャップセンサからの出力は, サーボコード (紙幅 250 mm) で記録し解析した。

4.5 くぼみ形状の測定 くぼみの諸寸法の測定には, 工具顕微鏡 (1 μm の読み) と輪郭測定器 (横倍率 10 倍, 縦倍率 ~ 1000 倍) とを用いた。ただし, くぼみ深さ δ_0 は除荷が完了したあとでも変化するから, 結果の解析に用いたくぼみ直径 d の値は工具顕微鏡または輪郭測定器より求めたものであり, δ_r と δ_c ($=\delta_r+\delta_c$) の値は図3の(a)に示す荷重・変位-時間曲線より求めたもの (輪郭測定器による δ_0 は参考値) である。なお, 輪郭測定器の場合には, くぼみの中心部付近の直径を, 100 μm 程度の間隔において 3 箇所測定した。以上の測定は, すべて室温 $23\pm 1^\circ\text{C}$, 湿度 $60\pm 2\%$ および状態調節 48 時間以上で行った。

5. 実験結果と考察

5.1 くぼみの形状 断面形状は PMMA, PC が盛り上がり形 (低荷重になるにつれ沈降形に移行) を PE は沈降形を呈することが, 輪郭測定器の記録より明らかになった。

一方, 顕微鏡では透明な PMMA や PC 上のくぼみ

形状を, 何らの工夫もせずに測定することは不可能である。そのため, まずエメリー紙で試験面を軽くこすってスリガラス状としたうえで, 球圧子を押し込んだ。さらに形成されたくぼみの上を鉛筆でこすると, くぼみの縁はかなり明りょうに浮き上がることがわかり, このような工夫をすることで顕微鏡による測定が可能となった。また, 顕微鏡によるものと輪郭測定器によるものとを比較すると, 両者はよく一致する。ただし, PMMA は荷重が 147 N (=15 kgf) のときには, どちらの方法でも測定は不可能であった。

5.2 $d/d_c, d/d_1$ と d_1/d_c との関係 各荷重において測定した δ_r と δ_c を, 式(4), (5)に代入して d_c と d_1 を算出し, これらと測定したくぼみ直径 d とを用い, 図2(b)に従って $d/d_c-d_1/d$ と $d/d_1-d_1/d_c$ との関係を示したのが図6である。

$d/d_c-d_1/d_c$ の関係においては, PMMA や PC でも弾性接触近傍では 1 に近い値をとっており, くぼみ形状が沈降形へ移行している点と一致している。しかし, 試料の塑性変形量が多くなる (高荷重になる) につれ, くぼみ形状は盛り上がり形となり, かつ d/d_c の値はかなり上昇し, 1.1 弱程度に達する。一方, 沈降形のくぼみ形状を全荷重条件で呈する PE は, d_1/d_c の値によらず常に 1 に近い値となっており, 沈降形のくぼみ形状では $d=d_c$ の関係が成り立つことがわかる。

また $d/d_1-d_1/d_c$ の関係においては, ($\sqrt{2}, 1/\sqrt{2}$) の点から (1,1) の点に達する直線をはきんで, 沈降形を呈する試料は下側に, 盛り上がり形を呈する試料は上側に位置しており, かつ荷重が高くなる (試料の塑性変形量が多くなる) につれ, 各実験点は, 2.3 節で予想した (1,1) の点に向かう傾向を示している。

以上の点を参考にして, 本節では $d/d_1-d_1/d_c$ の関係を定式化することで, d_1 と d_c すなわち深さ方向の量

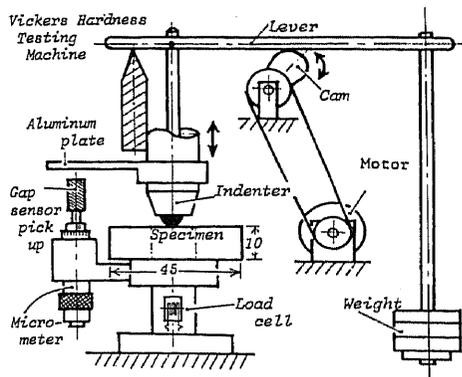


図5 球圧子の押込試験装置

δ_i, δ_r (式(4), (5)参照) からくぼみ直径 d を算出する式(20)を得る。

$$d = d_i \{1.71 - 0.707(d_i/d_c)\} \dots\dots\dots(20)$$

5.3 L と δ_i, δ_r との関係 荷重 L および押込速度 V_i を変化させた場合に測定された, 押込量 δ_i と弾性回復量 δ_r の平均値を両対数グラフ上に示すと図7のようになる。

$L-\delta_r$ と $L-\delta_i$ との実験点の近づく様子は, 低荷重になるにつれヤング率が PMMA より小さい PC のほうが激しく, $L=147\text{ N}$ { $=15\text{ kgf}$ } 付近では, δ_i と δ_r の差は $10\ \mu\text{m}$ 内程度となっておりほぼ弾性接触状態に近いことがわかる。(図7参照)

いま, 図示された $L-\delta_i, L-\delta_r$ の関係は, 両対数グラフ上で直線関係を示すものと仮定すると, 各試料に対する関係を次のように定式化できる。

(1) PMMA Specimen

$$L = 625 \delta_i^{1.50} \dots(21\cdot a), L = 1580 \delta_r^{1.80} \dots(21\cdot b)$$

(2) PC Specimen

$$L = 312 \delta_i^{1.37} \dots(22\cdot a), L = 1180 \delta_r^{1.93} \dots(22\cdot b)$$

(3) PE Specimen

$$L = 86.2 \delta_i^{1.30} \dots(23\cdot a), L = 255 \delta_r^{1.55} \dots(23\cdot b)$$

なお, ある荷重のみを考えたときは, PC の図中に二点鎖線で示したように, $L\sim\delta_r$ の傾きはほぼ(3/2)をなしている。

5.4 圧縮試験による応力 σ -ひずみ ϵ 線図とヤング率の定義 各試料の σ - ϵ 線図を図8(b), (c)に示す。

PE と PMMA はひずみ速度依存性を示し, 特に PE はそれが顕著である。また, 低ひずみ速度ほど σ - ϵ 線図における直線部の範囲が狭くなっている。

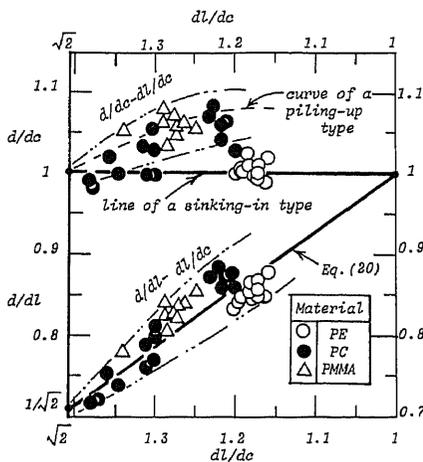


図6 $d/d_c, d/d_i$, と d_i/d_c との関係

一般に高分子材料では, σ - ϵ 線図で直線部を持たないものや, 原点部付近における傾きと大きなひずみ位置での傾きが異なるものや, 弾性域内でありながら曲線形状を示すものなど多様な σ - ϵ 形状がある。

そのため, ヤング率の定義にしても, 原点における傾きを表す接線ヤング率(係数) E_{tan} や, あるひずみ ϵ_0 における応力値 B 点 (σ_0) と原点との傾きを表すセカントヤング率(係数)などが用いられることがある⁽¹⁸⁾ (図8(a)の Example σ - ϵ 参照)。

なお, セカントヤング率 E_{sec} は, 各点におけるヤング率 $d\sigma/d\epsilon$ の ϵ_0 までの平均値を示すものであることは式(24)よりわかる。

$$E_{sec} = (1/\epsilon_0) \int_0^{\epsilon_0} (d\sigma/d\epsilon) d\epsilon \dots\dots\dots(24)$$

さて, 実験で得られた σ - ϵ 線図は, 3 試料ともひずみの小さい範囲では若干上方に凸の形状を示すものの, 原点から急激な曲がりを出す点 (たとえば PC の © 点) までの範囲を平均して眺めると近似的に直線とみなすことができる。(表2および図9におけるヤング率の値は近似的に直線とみなした範囲のものであり, その意味で図9では E_{sec} と記入)。

5.5 球圧子によるヤング率の値と圧縮試験による

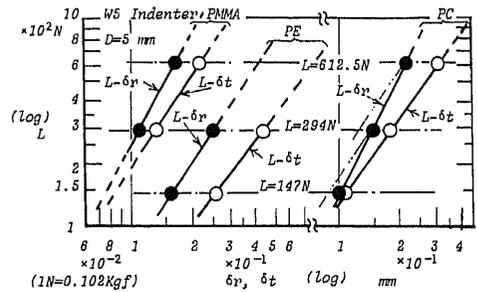


図7 L と δ_i, δ_r との関係

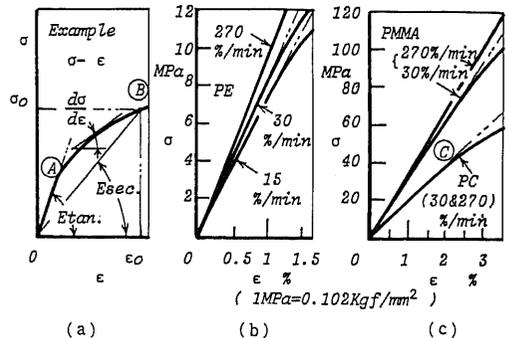
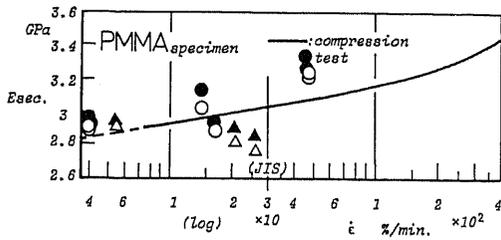


図8 圧縮試験における応力-ひずみ線図

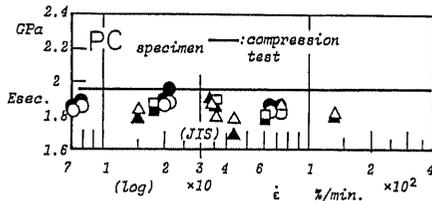
ヤング率の値との比較 圧縮試験により測定した各試料のヤング率 E_{sec} とひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の関係を、片対数座標上に実線で示したのが図9・(a)~(c)である。

また、球押し試験により測定した δ_r と d を用いて、式(3)から算出したヤング率を各荷重により $\square, \triangle, \circ$ 印で示してある。

PMMA では、高荷重での値は圧縮試験による値に近いが、低荷重での値は10%程度の違いを生じている。PCでは、むしろひずみ速度が上昇するにつれ若干値の低下がみられるが、平均すれば数%位の違いではない。またPEでは、 E_{sec} - $\dot{\epsilon}$ のひずみ速度依存性を示す曲線に定性的には一致する結果を示しているが、値としては10%程度異なっている。



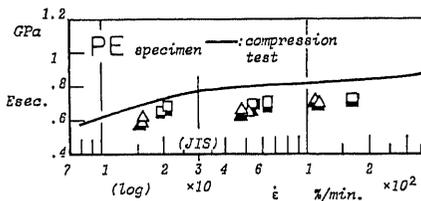
(a) PMMA 試料



(b) PC 試料

W 5 Indenter ($t_h=2$ sec.)		R.T. = 23 °C R.H. = 60±2%	
L	experiment		calculation
N	\square	\triangle	\bullet
147	\square	\triangle	\bullet
294	\square	\triangle	\bullet
612.5	\square	\triangle	\bullet

1 GPa=102 Kgf/mm², 1 N=0.102 Kgf



(c) PE 試料

図9 各試料の E_{sec} - $\dot{\epsilon}$ と球圧子による値との比較

高荷重時よりも低荷重時のデータのばらつきが、少し大きめであるが、これは δ_r や d の測定量が小さくなるため、小さな誤差でも相対的に大きく効いてくるためとも考えられる。

また、材料自身の場所による不均質性なども、上述した値どうしの違いの副次的な一因とも考えられる。

さらに図中には、測定した深さ方向の量 δ_i, δ_r とにより、式(4), (5), (20)および(3)を用いて算出した値を $\blacksquare, \blacktriangle, \bullet$ 印で示してある。

以上の結果から判断すると、球押し硬さ試験方式を利用して、押し込み方向の量のみを用いヤング率を測定する場合には、圧縮試験の値とおよそ5~10%程度の範囲で一致する結果が得られることがわかる。

6. 実際の試験機における圧子速度、

圧子荷重設定の目安

現行の硬さ試験機は、一般に押し込み速度や荷重を必要に応じて変更できる構造のものが多い。

これらを利用したり、新しい試験機を設計したりするときに、目的とするひずみ速度を得るための圧子速度や、試料の大きさなどからどの程度の荷重が適当かを判断する必要がある。

その設定の目安として、まず圧子速度 V_i について考えると、式(3), (7), (9-b), (11)および式(18)から次のような式を得る。

$$V_i \approx 1.6 \dot{\epsilon}_r \cdot L \cdot e \cdot \exp [1.17(1 - (\epsilon_{ir}/\epsilon_{ic}))] / (E_s \delta_r) \quad \dots \dots \dots (25)$$

この式に各試料の $E_{sec}(=E_s) - \dot{\epsilon}(=\dot{\epsilon}_r)$ の関係(図9)および式(21)~(23)の関係を代入すると、 $V_i - E_s - L - \dot{\epsilon}$ の関係を示す図10が得られる。

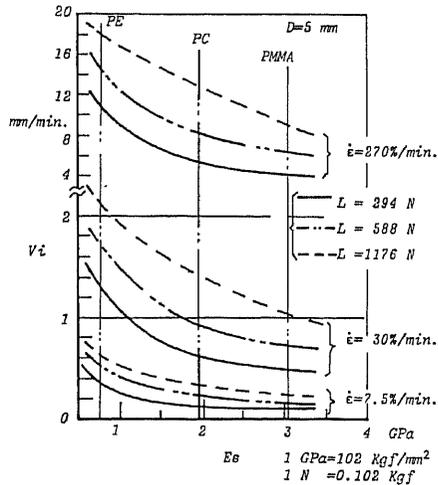


図10 $V_i - E_s - L - \dot{\epsilon}$ の関係

表 3 $L-E_s-d-\delta_i-\delta_r$ の関係

Material	E_s GPa	$L = 147 \text{ N}$ ($L = 294 \text{ N}$)			$L = 588 \text{ N}$ ($L = 1176 \text{ N}$)		
		d	δ_t	δ_r	d	δ_t	δ_r
PE	0.784	1.9 (2.5)	0.26 (0.44)	0.16 (0.25)	3.5 (4.1)	0.76 (1.3)	0.39 (0.62)
PC	1.96	1.1 (1.5)	0.11 (0.18)	0.10 (0.15)	2.0 (2.6)	0.30 (0.50)	0.21 (0.31)
PMMA	3.04	0.97 (1.3)	0.083 (0.13)	0.075 (0.11)	1.6 (2.1)	0.21 (0.33)	0.16 (0.24)

(Indenter $D=5 \text{ mm}$) 1 GPa=102 Kgf/mm², 1 N=0.102 Kgf

この図を参考にして圧子速度設定の目安とすればよい。

また、表 3 には、式(21)~(23)および式(3)から算出した $L-E_s-d-\delta_i-\delta_r$ の具体的な数値を示してあるから、たとえば試料寸法に応じてどの荷重を選ぶとか、変位計の性能によって測定されるべき δ_r , δ_i の大きさが制限される場合には、どの程度の荷重を設定すればよいか、などの目安として利用できる。

7. 結 論

以上の結果をまとめると次のようになる。

(1) 剛体圧子球と高分子材料の接触において、その除荷過程に着目するとヤング率 E_s を、圧子荷重 L , くぼみ直径 d , くぼみ面の弾性回復量 δ_r から算出できる式を得る。

(2) 高分子材料の試験面上に形成されたくぼみの直径を測定することは難しく、(1)の式を実用に供するためには深さ方向の測定量から d の算出を考える必要がある。その点を Hertz の弾性接触論を利用することにより、圧子球直径 D , δ_r および圧子の押し込み量 δ_i から d を表し得ることを示した。

(3) 高分子材料の粘弾性の性質を考慮して、球圧子を押し込む際の平均ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{ir(m)}$ を考察し、全くぼみの平均ひずみ ϵ_{ic} , 弾性くぼみの平均ひずみ ϵ_{ir} および除荷に要する時間 t_r により、単軸圧縮試験時のひずみ速度 $\dot{\epsilon}_r = \dot{\epsilon}$ を算出する式を示した。

(4) 以上の解析に基づいて、PMMA, PC, PE の試料に対する球圧子押し込み試験と、単軸圧縮試験による

ヤング率とひずみ速度との関係を求める実験を行い、測定した δ_i , δ_r を用いて d を算出する式や、 L と δ_i , δ_r の関係を定式化した。

これらの関係式を利用して球圧子の押し込み試験から算出されるヤング率の値と、圧縮試験から得られる値とを比較したところ、両者は 5~10% 程度の範囲で一致した。

(5) 実際の試験機における圧子速度 V_i や圧子荷重 L を設定あるいは設計する際の目安として、 $V_i-E_s-L-\dot{\epsilon}$ の関係、および試料寸法や変位計などの制約に基づいて、必要な荷重を選ぶための $L-E_s-d-\delta_i-\delta_r$ の具体的な数値を示した。

以上から、球圧子の押し込み試験方式を利用して、高分子材料のヤング率を測定する方法は、現行の硬さ試験機に適用することが可能であり、その多機能化を促進できる。

本研究を遂行するにあたり、終始変わらぬご指導、ご激励をいただいた東京工業大学 神馬敬教授と池上皓三教授に心から感謝申し上げる。

文 献

- (1) 吉沢編, 硬さ試験法とその応用, (昭 42), 220, 叢書房。
- (2) Boor, L., *Bull. ASTM*, 244 (1960), 43.
- (3) Phillips, P. J. and Ramakrishnan, N. R., *Polym. Eng. Sci.*, 18-11 (1978), 869.
- (4) 山城・植村, 機論, 31-299 (昭 40), 1276.
- (5) 山城, 機論, 41-348 (昭 50), 2303.
- (6) 成沢・小川, 機論, 48-432, A (昭 57), 981.
- (7) 中村・ほか 2 名, 塑性加工連合講演会前刷, (昭 61-5), 523.
- (8) 山口・宮下, 文献(1), 321.
- (9) Tabor, D., *Hardness of Metals*, (1951), 119, OX-FORD.
- (10) 石橋・下田, 機論, 52-483, A (昭 61).
- (11) 島村, 機誌, 72-608 (昭 44), 1255.
- (12) 大石, 高分子材料の活用技術, (昭 54), 77.
- (13) 植村・山城・小林, 材料, 15-149 (昭 41), 20.
- (14) 黒田・近藤, 材料, 15-156 (昭 41), 609.
- (15) 植村, 潤滑, 22-9 (昭 52), 569.
- (16) 石橋・下田, 機論, 52-482 (昭 61), 2387, 2391.
- (17) Williams, J. G. (国尾・ほか訳), 高分子固体の応力解析とその応用, (昭 53), 212, 培風館。
- (18) 岡田, 機誌, 80-701 (昭 52), 348.
- (19) Marsh, D. M., *Proc. R. Soc., Ser. A*, 279-1378 (1964), 425.

討 論

〔質問〕 山城 貞 男〔茨城大学工学部〕

(1) 球圧子押込みにおける平均ひずみ速度など詳細に検討されたことに深く敬意を表す。貴論文にはない試験片厚さについて述べます。質問者らはかつて負荷中の $HR\alpha$ スケールと除荷時の $HR\alpha$ スケールの換算を Hertz の式のみで試みたが、厚さの弾性回復量を考慮すべきことがわかった。また成沢氏らの論文(付1)に対し質問者が指摘したように、高分子材料の負荷中の球押込み深さは厚さに非常に影響される。

そこで貴論文について(1) E_s と E_t 、圧縮と曲げおよび引張りの違いはあれ、質問者らの測定したヤング率より小さい値。(2) PMMA を除き Hertz の式によるヤング率が圧縮のヤング率より小さい。以上の2点より、質問者は高分子材料の弾性回復を Hertz の式のみで説明するのは無理で、厚さの因子が必要と思う。例えば、10 mm 厚さを 5 mm にして球押込みされれば、圧縮のヤング率に近づくとはいかか。

〔回答〕 貴重なご意見とご教示に感謝し、次のようにお答え申し上げます。

ご質問者も参画されたプラスチックのロックウェル硬さ試験方法(JISK 7202)の解説書〔5. 試料〕の項、および解説図1(メタクリル樹脂注形板の HRM に及ぼす試料片厚さの影響の測定例)には、PMMA の硬さは 10 mm の厚さの場合と 40 mm の厚さの場合とで約 2% 程度しか変わらないことが示されており、また成沢氏らの論文⁽⁶⁾〔3・2 試験片の厚さとかたさ測定時の変形〕では、試験荷重が 980 N(100 kgf) 位から PMMA の場合は変形の影響が下面に及び始めている(ただし、PC では試験片厚さの半分位のところまでしかその影響は及んでいない)ことが示されている。

これらの点を参考にして、本論文では試験片の厚さを 10 mm に設定し実験を行ったわけであり、そのため試験片厚さについてもその意味から言及していない。しかしながら、ご指摘のように試験片の厚さは深さ方向の測定量に影響を与えることは明らかにされているから、薄い試験片などに対する実験からヤング率を算出しようとする場合には、厚さの因子を基本式中に含ませる必要があると考える。また、厚さを 10 mm から 5 mm に変えて押込みを行えば、ご指摘のように圧縮のヤング率に近づくと考えられるが、その場合には単に試料の厚さのみならず試験面の広さや、試料

自体のヤング率および粘弾性的性質なども複合して影響することが予想されるので、ご教示を参考にし今後それらの点を含んだ詳細な解析・検討を考えている。

〔質問〕 中村 雅 勇〔豊橋技術科学大学〕

硬さ試験は圧子下の変形が複雑なことから、工夫によっては種々の材料の性質が求まる可能性がある。本論文は除荷での挙動からヤング率を求めようとするものであり評価できる。以下、二、三質問したい。

(1) 除荷での挙動を弾性接触問題として式(1)～式(6)で表現しているが、押込みにおける塑性流動の影響(圧力分布、盛り上がりなど)が無視されている。この影響は小さいのか。例えば完全塑性の場合、除荷では $dl/dc=1$ でよいが、押込み時の盛り上がりは顕著でくぼみ直径 d にその影響が大きいはずである。

(2) 材料の性質は変形を受けると変化する。除荷時の硬さ試験から得られるヤング率と比較するのに、圧縮試験でのヤング率を変形初期の負荷におけるものを使用している。これでよいのか。

(3) プリネル圧子より圧子下の変形が擬定常になるビッカース圧子のほうが有利である。本方法をビッカース圧子に適用する可能性はあるのか。

〔回答〕 ご評価を感謝し、次のようにお答え申し上げます。

(1) 一度試料面上に形成されたくぼみ面に、再度同じ荷重で圧子を押込んだ場合両者は弾性接触をなすことを Tabor⁽⁹⁾ は実証している。すなわち、式(1)～(3)は圧子球下での塑性流動が終了した時点以降の関係〔図 1(a)〕に対して適用することを示し、式(4)～(6)は試料面上に形成されたくぼみ直径 d を直接測定するのは実用上困難であるため、図 1(a)をさらに(b)のようにしてその幾何学的関係から深さ方向の量 δ_s , δ_r により d の定式化を図れることを述べ、図 6 の実測値の結果からすると、くぼみ形状が盛り上がり形(PMMA, PC)でも沈降形(PE)でも d の定式化が可能ながわかる。

また、Tabor⁽⁹⁾の引用した Ishlinsky による完全塑性体への球圧子押込み時の圧力分布の解析や、Hirst^(付2)らが楔圧子の押込みで示した圧力分布の実測値をみると、試料に塑性変形が生じた接触の場合と弾性接触の場合とでは、圧力分布の形状はそれほど変

(付1) 成沢・小川, 機論, 48-432, (昭57), 981.

(付2) Hirst, W. and Howse, M. G. J. W., Proc. R. Soc., Ser. A, 311, (1969), 429-444.

わっていない。

(2) ご指摘の点は、例えば加工率の違いによるヤング率の変化についてと思うが、著者らはその点を確認するためまず、単軸圧縮試験で10~16%位の全圧縮ひずみを各試料に与えたのち、それを再成形しヤング率の測定を行ったがほとんど変化はみられなかった。しかし、材料の種類や加工率の程度によるヤング率の変化について報告(付3)されているものもあるから、今後本論文で提案した方法を利用して加工率の違いによるヤング率の変化を測定する点についても、材料の種類を変えて詳細な検討を、と考えている。

(3) 球圧子とビッカース圧子を用いた硬さ試験か

ら、材料特性を求める場合の各々の利点については先の報告⁽¹⁶⁾で述べているので省略させていただくが、本方法をビッカース圧子に適用する可能性はあると考え。ただし、圧子先端部と試料との接触開始および両者の離反開始の点を定めるところに困難な問題があるものと予想している。なお、著者らは Stilwell^(付4)らの論文を参考に、円すい圧子の場合について検討を始めている。ご教示を感謝する。

(付3) 村上・ほか3名, 塑性と加工, 23-257 (昭57), 562-564.

(付4) Stilwell, N. A. and Tabor, D., *Proc. R. Soc.*, 78-500 (1961), 169-179.

53巻493号, A編(昭62-9) 正誤表

執筆者名	ページ	欄	行	誤	正
遠藤 忠良	1743	右	8	…示すとともに…	…示すとともに…
	〃	左	9	…には切欠きの…	…には切欠の…
山田 勝稔	1799	図1	図説	局限加熱	局部加熱